

**VERFAHREN ZUM SPALTEN VON OEL-EMULSIONENVERFAHREN ZUM SPALTEN
VON OEL-EMULSIONEN**

Patent number: DE2318657
Publication date: 1974-10-31
Inventor: WOCHNER WALTER
Applicant: WOCHNER WALTER
Classification:
- **international:** B01D17/04; C10G33/04
- **european:** C10G33/04
Application number: DE19732318657 19730413
Priority number(s): DE19732318657 19730413

Abstract not available for DE2318657

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)

51

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Int. Cl.:

B 01 d, 17/04

C 10 g, 33/04

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche KL:

12 d, 1/02

23 b, 1/05

10

11

Offenlegungsschrift 2 318 657

21

Aktenzeichen: P 23 18 657.4

22

Anmeldetag: 13. April 1973

33

Offenlegungstag: 31. Oktober 1974

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung:

Verfahren zum Spalten von Öl-Emulsionen

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder:

Wochner, Walter, 7761 Wahlwies

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt:

Erfinder ist der Anmelder

DI 2318657

2318657

GÜNTER L. GEISS
PATENTINGENIEUR

7760 RADOLFZELL / BODENSEE
MARKTPLATZ 9 - FERNRUF 07732-3782

MEIN ZEICHEN: W 400 - 73

RADOLFZELL / AM 10.4.1973

Walter W o c h n e r, Laborant,
7761 Wahlwies, Pestalozzistraße 1

Verfahren zum Spalten
von Öl-Emulsionen

- 2 -

409844/0496

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Spalten von Öl-Emulsionen, insbesondere von industriell verbrauchten Kühlschmierstoff-Emulsionen, bei welchem in einer Spaltanlage eine Veränderung des pH-Werts der Emulsion vorgenommen und diese durch die Zugabe von Chemikalien in Klarwasser und einen alle Ölbestandteile und Verunreinigungen enthaltenden Schlamm aufbereitet wird.

Bei allen bisher bekannten Spaltverfahren dieser Art wird zuerst die aufzubereitende Emulsion angesäuert mittels einer geeigneten Säure. Dieser Ansäuerung folgt die Zugabe von Spaltsalzen, wonach nach Ablauf einer Trennzeit von 4-8 Std. sich der spezifisch leichtere Ölextrakt nach oben absetzt. Dieses leicht schlammige Altöl wird dann von der Oberfläche abgezogen und zur Vernichtung abtransportiert (in bestimmten Fällen bei Verschmutzungen unter 10 % kann manchmal auch eine begrenzte Weiterverwertung erfolgen).

Das saure Spaltwasser wird anschließend neutralisiert und die noch in ihm vorhandenen Trübstoffe mittels Flockmittel ausgefällt. Der sich dabei absetzende Schlamm wird nach Verwerfen des aufbereiteten Klarwassers abfiltriert und ebenfalls zur Vernichtung abtransportiert.

Die bei diesen bekannten Verfahren verwendeten Säuren zur einleitenden Ansäuerung sind Salzsäure und Schwefelsäure.

wobei der ersteren der Vorzug zu geben ist, da sie keine Sulfate in das Abwasser führt. Als Spaltsalze sind dreiwertige Eisen-, Aluminium- und Magnesiumchloride sowie auch Metallsulfate bekannt. In der Regel wird hier Eisen-III-Chlorid der Vorzug gegeben, da dieses einmal günstig im Preis liegt und es zum anderen auch die geringsten schädlichen Rückstände im Abwasser hinterläßt. Die Neutralisation erfolgt meist mit Natriumhydroxid auf einen pH-Wert von ca. 7, um ein möglichst gutes Abwasser zu erzeugen.

Nachteilig bei diesen bisher bekannten Verfahren wirkt sich einerseits die lange Trennzeit aus, die das Verfahren zeitraubend und aufwendig macht. Der wesentlichste Nachteil ist aber, daß sich alle bekannten Verfahren zwar gut für die verseifbaren Mineralöle eignen, nicht aber für teil- und vollsynthetische Öle. Diese als schwer und schwerst spaltbaren Öle bezeichneten Produkte können bisher überhaupt nicht bzw. nur in sehr komplizierten Verfahren mit einem solchen Aufwand gespalten und aufbereitet werden, daß es für industrielle Anwendung wirtschaftlich nicht tragbar ist. Daher wird bisher trotz der technischen Vorteile auf den industriellen Einsatz teil- und vollsynthetischer Öle in großem Umfang verzichtet und versucht, alle einschlägigen Aufgaben mit Mineralölen zu lösen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das eingangs ge-

schilderte Verfahren so abzuwandeln, daß die zeitraubende Trennzeit weitestgehend entfällt und es auch die Spaltung teil- und vollsynthetischer Öle mit dem etwa gleich geringen Aufwand wie bei Mineralölen ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die aufzubereitende Emulsion ohne vorherige Ansäuerung mittels Säuren eine direkte Zugabe von Spaltsalz in Form eines dreiwertigen Metallchlorids in einer solchen Höhe erhält, daß die Emulsion auf einen pH-Wert von etwa 2 - 3 eingestellt ist, wonach ohne Einhaltung einer längeren Trennzeit unmittelbar nachfolgend eine Neutralisierung durch die Zugabe eines Metallhydroxids eingeleitet wird. Durch diese Maßnahme entsteht ein sofortiger Trennvorgang aller - auch synthetischer - Öle, welcher durch die Zugabe von Flockungsmitteln bekannter Art noch beschleunigt werden kann. Als Spaltsalz wird vorzugsweise Eisen-III-Chlorid in einer dem jeweiligen Öltyp entsprechenden Menge verwendet. Auch die Verwendung von Aluminiumchlorid kann zweckmäßig sein. Für die Neutralisierung ist Natriumhydroxid, ggfs. auch Calciumhydroxid geeignet.

Das erfindungsgemäße Verfahren läßt sich bei allen Mineralölen anwenden, wobei die verschiedenen Öltypen weitgehend gleichmäßig positiv reagieren. Anders verhält es sich bei den teil- und vollsynthetischen Ölen, bei denen jeder Typ seine Art-eigenheit hat und individuell aufbereitet werden muß. Dies

erfordert einerseits eine unterschiedliche Anpassung des jeweils optimalen pH-Werts, der bei manchen Ölen noch unter 2 einzustellen ist, während andere Öle bei z.B. 4,3 erst die beste Reaktion zeigen. Andererseits ist auch die Wahl des am besten geeigneten Spaltsalzes und Metallhydroxids zur Neutralisierung für einen guten Erfolg mitentscheidend. Da die verschiedenen Öltypen auch bezüglich der Herstellerfirmen unterschiedlich zusammengesetzt sind, ist bei neu aufzunehmenden Typen eine kleine Versuchsreihe zur Ermittlung der optimalen Einstellung zweckmäßig.

Ein weitestgehend universell brauchbares Spaltsalz ist das schon erwähnte Eisen-III-Chlorid, welches unter intensiver Durchmischung der Emulsion zugegeben wird. Die jeweilige Dosierung ist abhängig von den in den Emulsionen eingesetzten mehr oder weniger anionenaktiven oder nicht ionogenen Emulgatoren. Die zusätzliche Beimengung der sonst üblicherweise zur Ansäuerung verwendeten Säuren und anderer Mittel ist bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nicht nur überflüssig, sondern für die angestrebte Wirkung sogar schädlich. Bei den meisten Öltypen machen diese sonst eine Spaltung unmöglich.

Nach der Zugabe und Durchmischung des Spaltsalzes, welche dosierungs- und typabhängig eine Verschiebung des pH-Werts auf etwa 2-3 (in Sonderfällen wie oben schon erwähnt auch z.B. auf 1,9 oder 4,3) bewirkt, folgt eine sofortige Zugabe eines

Metallhydroxids wie z.B. einer bestimmten Menge Natriumhydroxid, welches ebenfalls intensiv durchmischt wird. Sobald hiernach ein pH-Wert von etwa 7 erreicht ist, tritt fast unmittelbar eine Öl-Metallhydroxid-Ausfällung ein. Die bisher stets abzuwartende Trennzeit entfällt - es ist lediglich noch eine relativ kurze Absatz-Verweilzeit abzuwarten.

Eine weitere Zugabe von Flockungsmitteln bekannter Art begünstigt die Ausfällung und Ausflockung des Öl-Metallhydroxid-Schlammes. Die Dosiermenge des Flockungsmittels wird nach dem Trüb- und Schwimmstoffgehalt sowie der jeweiligen Flockgröße bestimmt. Hierzu können zuvor kleine Proben gezogen werden.

Der sich bildende Öl-Metallhydroxid-Schlamm kann sich entsprechend seiner Dichte nach unten absetzen (was meist bei Frischemulsionen eintritt) oder er schwimmt auf (in der Regel bei Gebrauchsemulsionen je nach Gehalt an Fremdölen). Nach der Absatz-Verweilzeit können der Schlamm und das Klarwasser getrennt voneinander abgezogen werden. Der Schlamm wird hierzu zweckmäßigerweise in einen Pufferbehälter übergeführt zum nachträglichen Entzug des Klarwassers nach dortiger Verweilzeit oder auch nach anschließender Filterung. Ist eine solche erforderlich, dann bleibt bei dem erfindungsgemäßen Verfahren das Filtrat - dank der Öl-Metallhydroxid-Schlamm-Bindung - ölfrei.

Während bei den bisher bekannten Verfahren stets zwei verschiedene Spaltstoffe neben dem Klarwasser resultierten, nämlich das Altöl und der sog. Schlammkuchen, sind diese beiden Stoffe hier zu einem Ölschlamm zusammengefaßt. Da aber in aller Regel beide Stoffe zur Vernichtung abgefahren werden müssen, bedeutet dies keinerlei Nachteil, sondern die Ersparnis eines zusätzlichen Arbeitsgangs und der damit bisher verbundenen Kosten. Auch die Umweltbelastung durch Ablagerung der noch einen erheblichen Ölanteil aufweisenden Schlammkuchen, wie sie bisher recht oft erfolgt, ist hier unmöglich gemacht.

Im übrigen kann, falls einmal z.B. infolge falscher Dosierung - sich kein befriedigendes Klarwasser ergibt, das vorbeschriebene Verfahren nochmals - ggfs. mit geringen Zugabemengen - wiederholt werden. Besonders vorteilhaft ist dann eine Wiederholung nur mit dem in ein zweites Becken ohne den Schlamm übergeführten Spaltwasser.

Die Vorteile der Erfindung liegen einmal in der Verbilligung des bisherigen Verfahrens bei Mineralölemulsionen und ganz besonders darin, daß in der gleich billigen und einfachen Weise und mit den vorhandenen Anlagen auch bisher als schwer und schwerst spaltbar bezeichnete, teil- und vollsynthetische Öle aufbereitet werden können, wobei zudem die bisher oft üblichen Umweltverschmutzungen in Lagerung und Abwasser vermieden sind.

Walter Wochner, Laborant, 7761 Wahlwies, Pestalozzistraße 1
=====

P a t e n t a n s p r ü c h e :
=====

1./ Verfahren zum Spalten von Ölemulsionen, insbesondere von industriell verbrauchten Kühl-Schmierstoff-Emulsionen, bei welchem in einer Spaltanlage eine Veränderung des pH-Werts der Emulsion vorgenommen und diese durch die Zugabe von Chemikalien in Klarwasser und einen alle Ölbestandteile und Verunreinigungen enthaltenden Rückstand aus Altöl und Schlamm aufbereitet wird, dadurch gekennzeichnet, daß die aufzubereitende Emulsion ohne vorherige Ansäuerung mittels Säuren eine direkte Zugabe von Spaltsalz in Form eines dreiwertigen Metallchlorids in einer solchen Höhe erhält, daß die Emulsion hierdurch allein auf einen pH-Wert von etwa 2-3 eingestellt ist, wonach ohne Einhaltung einer längeren Trennzeit unmittelbar nachfolgend eine Neutralisierung durch die Zugabe eines Metallhydroxids eingeleitet wird.

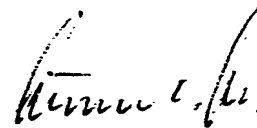
2./ Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Trennvorgang durch die Zugabe von Flockungsmitteln bekannter Art beschleunigt wird.

3./ Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als

Spaltsalz Eisen-III-Chlorid in einer dem jeweiligen Öltyp entsprechenden Menge verwendet wird.

- 4./ Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Spaltsalz Aluminiumchlorid in einer dem jeweiligen Öltyp entsprechenden Menge verwendet wird.
- 5./ Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Neutralisierung der mit Spaltsalz angesäuerten Emulsion mittels Natriumhydroxid vorgenommen wird.
- 6./ Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Neutralisierung der mit Spaltsalz angesäuerten Emulsion mittels Calciumhydroxid vorgenommen wird.

Der Vertreter:



GÜNTER L. GEISS
PATENTINGENIEUR
7760 RADOLFZELL
MARKTPLATZ 9